



⑬ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 102 15 125 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
F 25 J 3/02

②① Aktenzeichen: 102 15 125.3
②② Anmeldetag: 5. 4. 2002
④③ Offenlegungstag: 16. 10. 2003

DE 102 15 125 A 1

⑦① Anmelder:
Linde AG, 65189 Wiesbaden, DE

⑦② Erfinder:
Bauer, Heinz, Dr., 82067 Ebenhausen, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
zu ziehende Druckschriften:

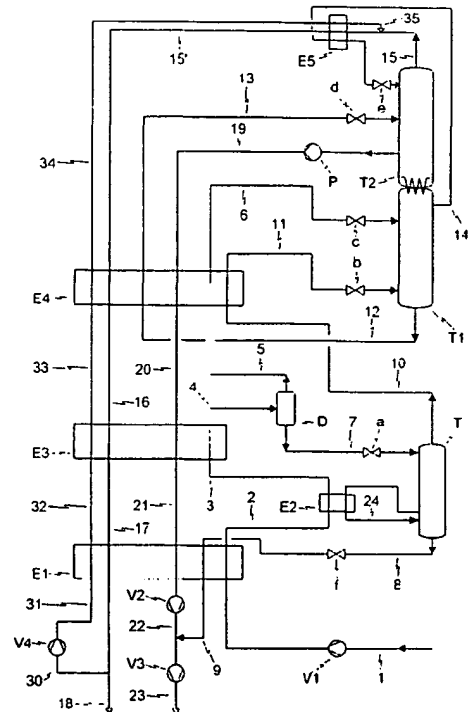
DE 100 49 830 A1
DE 38 22 175 A1
US 51 41 544 A

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Verfahren zum Abtrennen von Stickstoff aus einer Stickstoff-enthaltenden Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion

⑤⑦ Es wird ein Verfahren zum Abtrennen von Stickstoff aus einer Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion, wobei die Kohlenwasserstoff-reiche Fraktion abgekühlt, partiell kondensiert und zumindest teilweise einem Stickstoff Abtrennprozess zugeführt wird, beschrieben.

Erfindungsgemäß wird zumindest zeitweilig und/oder in Abhängigkeit des Stickstoffgehaltes der Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion (1) ein Teilstrom (30) der zuvor angewärmten (E1, E3, E4, E5) Stickstoff-reichen Fraktion (15) verdichtet (V4), abgekühlt und kondensiert (E1, E3, E4, E5) und wieder der in dem Stickstoff-Abtrennprozess (T1, T2) gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion (15) zugemischt (34) und/oder dem Stickstoff-Abtrennprozess (T1, T2) als Rücklauf aufgegeben.



DE 102 15 125 A 1

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abtrennen von Stickstoff aus einer Stickstoffenthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion, wobei die Kohlenwasserstoff-reiche Fraktion abgekühlt, partiell kondensiert und zumindest teilweise einem Stickstoff-Abtrennprozess zugeführt wird.

[0002] Die Abtrennung von Stickstoff aus einer Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoffreichen Fraktion erfolgt in sog. Nitrogen Rejection Units. Dies sind vergleichsweise kompakte Anlagen, die üblicherweise als sog. Cold Box gebaut werden. Die Bewertung derartiger Anlagen erfolgt hierbei im Regelfall über ihren Energieverbrauch.

[0003] Die Fig. 1 zeigt das Verfahrensschema einer zum Stand der Technik zählenden Stickstoff-Abtrenneinheit, wie sie bspw. aus der DE-A 100 49 830 bekannt ist. Eine derartige Verfahrensführung macht insbesondere bei höheren Stickstoffgehalten im Rohgas Sinn. Hierbei wird die über Leitung 1 herangeführte Stickstoff-enthaltende, Kohlenwasserstoff-reiche Fraktion zunächst mittels des Verdichters V1 auf einen Druck, der von dem Stickstoffgehalt des Rohgases und den Abgabebedingungen der Salesgas- sowie der Stickstofffraktion abhängt, verdichtet.

[0004] Anschließend wird die Stickstoff-enthaltende, Kohlenwasserstoff-reiche Fraktion einem ersten Wärmetauscher E1 zugeführt und in diesem gegen anzuwärmende Verfahrensströme, auf die im Folgenden noch näher eingegangen werden wird, abgekühlt. Sodann wird diese Fraktion über Leitung 2 einem weiteren Wärmetauscher E2 zugeführt und in diesem gegen den Heizstrom 24 der Trennkolonne T auf die im Folgenden ebenfalls noch näher eingegangen werden wird – weiter abgekühlt. Über Leitung 3 wird die Stickstoff-enthaltende, Kohlenwasserstoff-reiche Fraktion dem Wärmetauscher E3 zugeführt, in diesem weiter abgekühlt, dabei partiell kondensiert und anschließend über Leitung 4 dem Abscheider D zugeführt.

[0005] Am Kopf des Abscheiders D wird über Leitung 5 eine Stickstoff-enthaltende, C₁-reiche Fraktion abgezogen, im Wärmetauscher E4 weiter abgekühlt und anschließend über Leitung 6 und Entspannungsventil e in die untere Trennsäule T1 einer Doppelkolonne, bestehend aus den Trennsäulen T1 und T2, eingespeist.

[0006] Aus dem Sumpf des Abscheiders D wird über Leitung 7 eine Stickstoff-enthaltende, C₁₊-reiche Fraktion abgezogen und über das Entspannungsventil a in die Trennkolonne T entspannt. Aus dem Sumpf der Trennkolonne T wird über Leitung 8 eine erste flüssige Salesgasfraktion abgezogen und im Ventil f auf den in der Leitung 22 herrschenden Druck entspannt. Alternativ zu dem Ventil f kann auch eine sog. "kalte Pumpe" vorgesehen werden, mittels derer die über Leitung 8 aus dem Sumpf der Trennkolonne T abgezogene flüssige Salesgasfraktion auf den Abgabedruck, den der Temperaturverlauf in den Wärmetauschern E1, E3 und E4 erlaubt, gepumpt wird.

[0007] Die Salesgasfraktion wird anschließend im Wärmetauscher E1 angewärmt und über Leitung 9 der zweiten Salesgasfraktion – auf die im Folgenden ebenfalls noch näher eingegangen werden wird – in der Leitung 22 zugeführt. Die so vereinigten Fraktionen werden über Leitung 23 als Salesgas aus der Anlage abgegeben. Am Kopf der Trennkolonne T wird über Leitung 10 eine gasförmige, Stickstoff-enthaltende, C₁-reiche Fraktion abgezogen, im Wärmetauscher E4 weiter abgekühlt und anschließend über Leitung 11 und Entspannungsventil b ebenfalls in die bereits erwähnte untere Trennsäule T1 eingespeist.

[0008] Aus dem Sumpf der Trennkolonne T1 wird über Leitung 12 eine N₂/C₁-reiche Fraktion abgezogen und nach

einer Abkühlung im Wärmetauscher E4 über Leitung 13 und Entspannungsventil d der oberen Trennkolonne T2 aufgegeben. Am Kopf der unteren Trennkolonne T1 wird über Leitung 14 eine N₂-reiche Fraktion abgezogen, im Wärmetauscher E5 gegen die über Leitung 15 aus dem Kopf der oberen Trennkolonne T2 abgezogene Fraktion abgekühlt und anschließend über Ventil e in den oberen Bereich der oberen Trennkolonne T2 entspannt.

[0009] Die bereits erwähnte, über Leitung 15 aus dem Kopf der Trennkolonne T2 abgezogene Stickstoff-reiche Fraktion wird zunächst in den Wärmetauschern E5 sowie E4 angewärmt und anschließend über Leitung 16 dem Wärmetauscher E3 zugeführt. Nach einer weiteren Anwärmung im Wärmetauscher E1, dem sie über Leitung 17 zugeführt wird, wird die Stickstoff-reiche Fraktion über Leitung 18 aus der Anlage abgeführt.

[0010] Aus dem unteren Bereich der oberen Trennkolonne T2 wird über Leitung 19 eine zweite Salesgasfraktion abgezogen und mittels der Pumpe P auf einen Druck, den der Temperaturverlauf in den Wärmetauschern E1 bis E4 erlaubt, gepumpt. Nach Anwärmung im Wärmetauscher E4 wird die Salesgasfraktion über Leitung 20 dem Wärmetauscher E3 zugeführt und über Leitung 21 dem Wärmetauscher E1 zugeführt und in diesen weiter angewärmt.

[0011] Dem Wärmetauscher E1 nachgeschaltet sind zwei Verdichter V2 und V3, wobei die Zumischung der ersten Salesgasfraktion aus der Trennkolonne T, die über die Leitungen 8 und 9 herangeführt wird, zwischen den beiden Verdichtern V2 und V3 in die die Verdichter V2 und V3 verbindende Leitung 22 erfolgt. Die Verdichter V2 und V3 verdichten die Salesgasfraktion(en) auf den gewünschten Abgabedruck. Die Einspeisestelle der über Leitung 9 herangeführten Salesgasfraktion kann an die jeweiligen Abgabebedingungen für das Salesgas angepasst werden.

[0012] Stickstoff-Abtrennprozesse – wie vorstehend beschrieben – haben grundsätzlich Probleme mit niedrigen Stickstoff-Konzentrationen in der zu verflüssigenden Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion. Dies hat zur Folge, dass oftmals die geforderten Produktreinheiten – also der Stickstoffgehalt des Salesgases sowie der CH₄-Gehalt des Stickstoffes – nicht eingehalten werden können.

[0013] Problematisch ist ferner eine Situation, bei der die Stickstoff-Konzentration über die Zeit im Einsatzgas ansteigt. Dies ist beispielsweise dann der Fall, wenn eine Stickstoff-Verpumpung (Enhanced Oil Recovery) den Anstieg des Stickstoffgehaltes im Erdgas verursacht.

[0014] Das vorbeschriebene Problem der schlechten Produktreinheit, insbesondere des zu hohen Methangehaltes im Stickstoff-Produkt, hat seine Ursache in einem Mangel an Kälte auf dem tiefsten Temperaturniveau; bei dem Verfahren gemäß der Fig. 1 wäre dies der der Niederdruckkolonne T2 zugeführte Rücklaufstrom 14. Bei einer, wie in der Fig. 1 dargestellten Verfahrensführung wird bei einer Stickstoff-Konzentration im Einsatzgas von etwa 10 Mol-% eine Grenze erreicht, ab der die gewünschte Stickstoff-Produktreinheit nicht mehr erreicht werden kann; die Stickstoff-Produktreinheit liegt üblicherweise bei weniger als 1 Mol-% Methan.

[0015] Bei der vorbeschriebenen Stickstoff-Verpumpung kann durch Einbringen des künstlich zugeführten Stickstoffes der Stickstoffgehalt in einem Erdgasstrom kontinuierlich von sehr geringen Werten – beispielsweise 0 bis 4 Mol-% – auf vergleichsweise hohe Werte – beispielsweise bis zu mehr als 20 Mol-% – ansteigen.

[0016] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist, ein gattungsgemäßes Verfahren zum Abtrennen von Stickstoff aus einer Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion anzugeben, das es ermöglicht, Kohlenwasserstoff-

reiche Fraktionen mit unterschiedlichsten sowie mit schwankenden Stickstoffgehalten zu verarbeiten.

[0017] Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein Verfahren vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist, dass zumindest zeitweilig und/oder in Abhängigkeit des Stickstoffgehaltes der Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion ein Teilstrom der zuvor angewärmten Stickstoff-reichen Fraktion verdichtet, abgekühlt und kondensiert und wieder der in dem Stickstoff-Abtrennprozess gewonnenen Stickstoffreichen Fraktion zugemischt und/oder dem Stickstoff-Abtrennprozess als Rücklauf aufgegeben wird.

[0018] Erfindungsgemäß wird nunmehr ein Teilstrom der zuvor angewärmten Stickstoffreichen Fraktion nach Verdichtung, Abkühlung und Kondensation zurückgeführt und der in dem Stickstoff-Abtrennprozess gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion zugeführt, wodurch die benötigte Spitzenkälte bereitgestellt werden kann. Es ist nicht erforderlich, dass dieser rückgeführte Strom zur Gänze der in dem Stickstoff-Abtrennprozess gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion zugemischt wird, vielmehr kann zusätzlich ein Teilstrom oder alternativ der gesamte Strom auch dem Stickstoff-Abtrennprozess als Rücklauf aufgegeben werden.

[0019] Hierbei ist darauf zu achten, dass diese Stickstoff-Rückführung bzw. Wärmepumpe für den geringst möglichen Stickstoffgehalt im Kohlenwasserstoff-reichen Einsatzgas ausgelegt ist.

[0020] Entsprechend einer vorteilhaften Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die Menge des Teilstromes der zuvor angewärmten Stickstoff-reichen Fraktion nicht konstant.

[0021] Kommt es beispielsweise zu einer Situation, bei der die Stickstoff-Konzentration im Kohlenwasserstoff-reichen Einsatzgas ansteigt, so kann die Menge des Teilstromes verringert werden. Bei sehr geringen Stickstoffgehalten in dem zu verflüssigenden Kohlenwasserstoff-reichen Einsatzstrom kann sich ggf. das Abzweigen eines Teilstromes erübrigen.

[0022] Des Weiteren kann – entsprechend einer weiteren Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens – zumindest zeitweilig und/oder in Abhängigkeit des Stickstoffgehaltes der Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion die Verdampfung der in dem Stickstoff-Abtrennprozess gewonnenen Methan-reichen Fraktion auf wenigstens zwei unterschiedlichen Druckniveaus erfolgen.

[0023] Mittels dieser Verfahrensweise wird erreicht, dass der Wärmeaustausch zwischen dem zurückgeführten Stickstoffstrom und der in dem Stickstoff-Abtrennprozess gewonnenen Methan-reichen Fraktion optimiert wird.

[0024] Das erfindungsgemäße Verfahren sowie weitere Ausgestaltungen desselben seien anhand der in den Fig. 2 und 3 dargestellten Ausführungsbeispiele näher erläutert.

[0025] Die in den Fig. 2 und 3 dargestellten Ausführungsbeispiele entsprechen teilweise dem bereits anhand der Fig. 1 erläuterten Verfahrensbeispiel. Aus diesem Grund sei nachfolgend nur auf die Unterschiede zwischen den Fig. 1, 2 und 3 eingegangen.

[0026] Wie in der Fig. 2 dargestellt, wird erfindungsgemäß nunmehr über Leitung 30 ein Teilstrom der zuvor in den Wärmetauschern E5, E4, E3 und E1 angewärmten Stickstoff-reichen Fraktion abgezogen, im Verdichter V4 ein- oder mehrstufig verdichtet und anschließend über Leitung 31 dem Wärmetauscher E1 zugeführt. Der Übersichtlichkeit halber ist in der Fig. 2 auf eine Darstellung der der oder den Verdichterstufen nachgeschalteten Kühler verzichtet.

[0027] Dieser dem Wärmetauscher E1 zugeführte Teilstrom wird anschließend mittels der Leitungen 32, 33 und 34 der Reihe nach durch die Wärmetauscher E3, E4 und E5

geführt. Am Ausgang des Wärmetauschers E5 liegt in der Leitung 35 ein vollständig kondensierter Stickstoffreicher Strom vor, der – wie in der Fig. 2 dargestellt – wieder der in dem Stickstoff-Abtrennprozess gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion, die über Leitung 15 am Kopf der Trennsäule T2 abgezogen wird, zugemischt wird.

[0028] In den Fig. 2 und 3 nicht dargestellt ist die zusätzliche oder alternative Verfahrensweise, bei der der Strom in der Leitung 35 zumindest teilweise der Trennsäule T2 als Rücklauf aufgegeben wird.

[0029] Die Fig. 3 zeigt eine weitere Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei der die in dem Stickstoff-Abtrennprozess T1/T2 gewonnene Methan-reiche Fraktion, die aus dem Sumpfbereich der Trennsäule T2 über Leitung 19 abgezogen wird, auf wenigstens zwei unterschiedlichen Druckniveaus verdampft wird.

[0030] Eine derartige Verfahrensführung lässt sich beispielsweise dadurch realisieren, dass der Strom 19 noch vor dem Wärmetauscher E4 in zwei Teilströme 19' und 40 aufgeteilt wird. Während der erste Teilstrom 19' vor dem Eintritt in den ersten der von ihm zu durchströmenden Wärmetauscher E4, E3 und E1 im Ventil g entspannt und nach Durchgang durch die Wärmetauscher E4, E3 und E1 mittels des Verdichters V5 wieder verdichtet wird, wird zweite Teilstrom 40 ohne eine vorherige Entspannung über die Leitungen 41 bis 43 durch die Wärmetauscher E4, E3 sowie E1 geführt und anschließend wieder mit dem im Verdichter V5 verdichteten ersten Teilstrom vereinigt.

[0031] Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es, das gattungsgemäße Verfahren bei unterschiedlichen Stickstoffgehalten des Kohlenwasserstoff-reichen Einsatzstromes zu betreiben. Auch während des Betriebes ist ein Anpassen an sich verändernde Stickstoffgehalte im Einsatzgas betriebstechnisch vergleichsweise einfach und kostengünstig möglich.

[0032] Von Nachteil bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist, dass zum einen die Komplexität des Verfahrens anwächst und zum anderen der für den zurückzuführenden Stickstoffstrom benötigte Verdichter V4 ab einem bestimmten Stickstoffgehalt im Einsatzstrom überflüssig wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abtrennen von Stickstoff aus einer Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion, wobei die Kohlenwasserstoff-reiche Fraktion abgekühlt, partiell kondensiert und zumindest teilweise einem Stickstoff-Abtrennprozess zugeführt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass zumindest zeitweilig und/oder in Abhängigkeit des Stickstoffgehaltes der Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion (1) ein Teilstrom (30) der zuvor angewärmten (E1, E3, E4, E5) Stickstoff-reichen Fraktion (15) verdichtet (V4), abgekühlt und kondensiert (E1, E3, E4, E5) und wieder der in dem Stickstoff-Abtrennprozess (T1, T2) gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion (15) zugemischt (34) und/oder dem Stickstoff-Abtrennprozess (T1, T2) als Rücklauf aufgegeben wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Teilstromes (30) der zuvor angewärmten (E1, E3, E4, E5) Stickstoff-reichen Fraktion (15) nicht konstant ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest zeitweilig und/oder in Abhängigkeit des Stickstoffgehaltes der Stickstoff-enthaltenden, Kohlenwasserstoff-reichen Fraktion (1) die Verdampfung der in dem Stickstoff-Abtrennprozess (T1, T2) gewonnenen Methan-reichen Fraktion (19) auf we-

nigstens zwei unterschiedlichen Druckniveaus erfolgt.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK

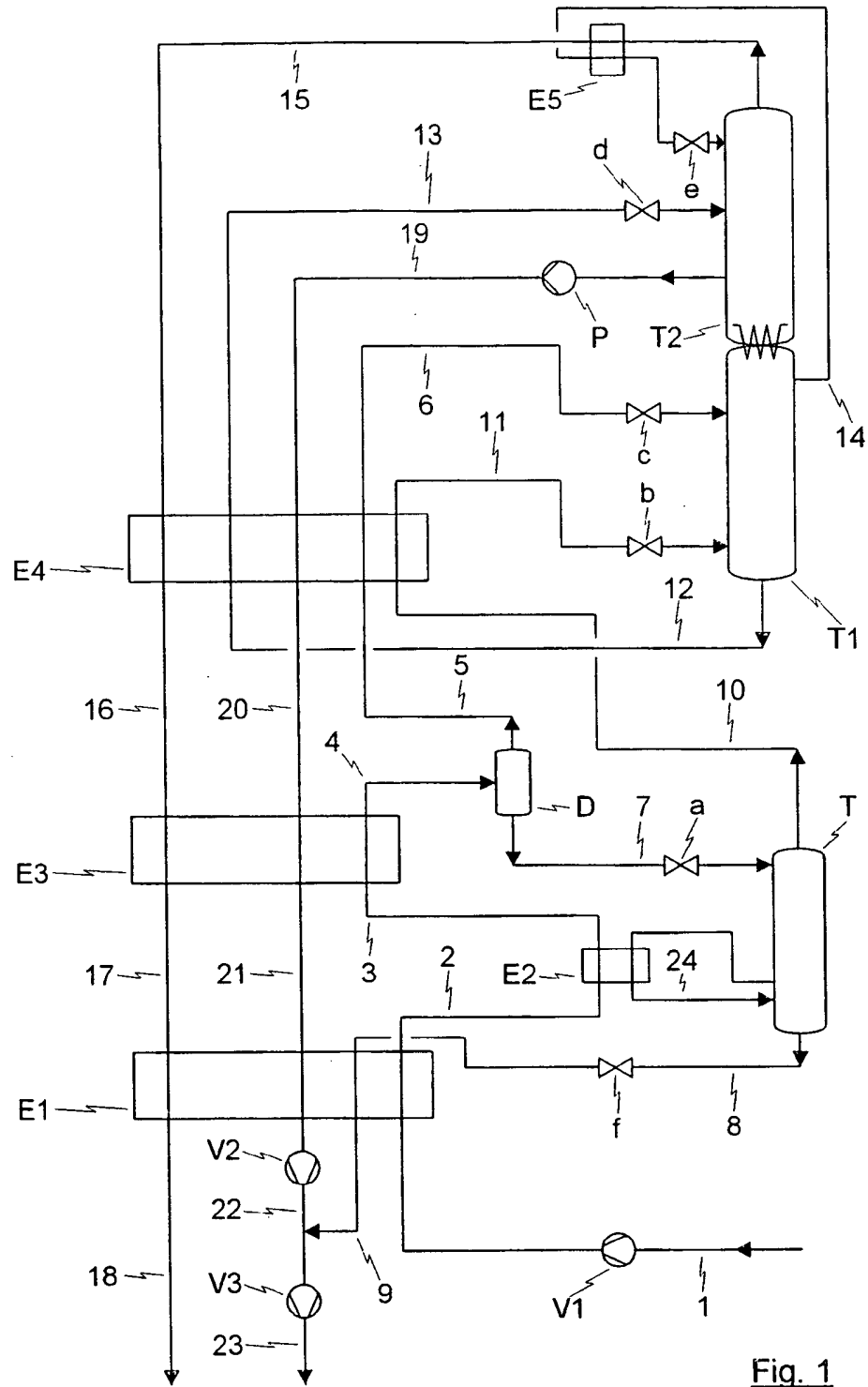


Fig. 1

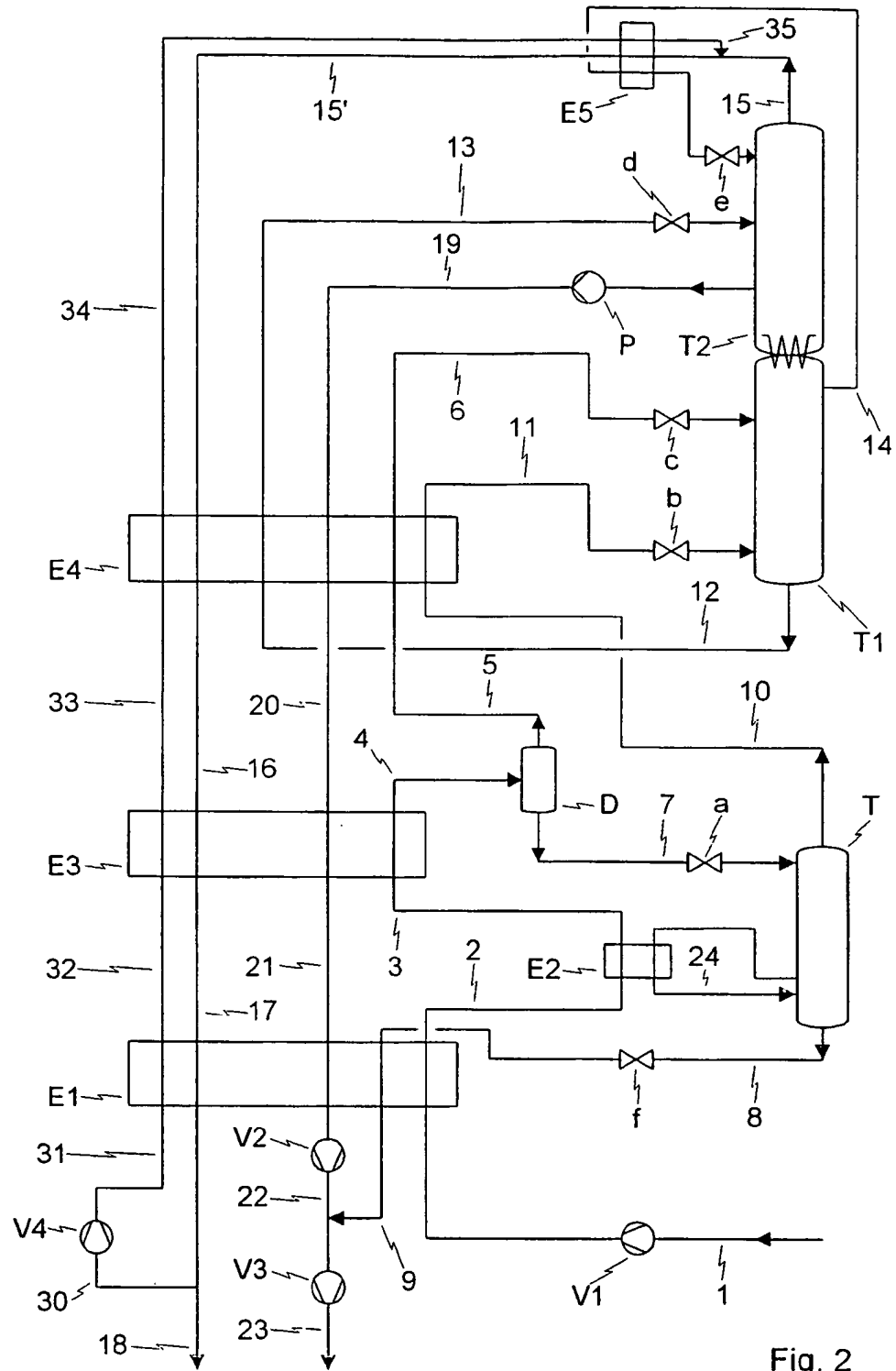


Fig. 2

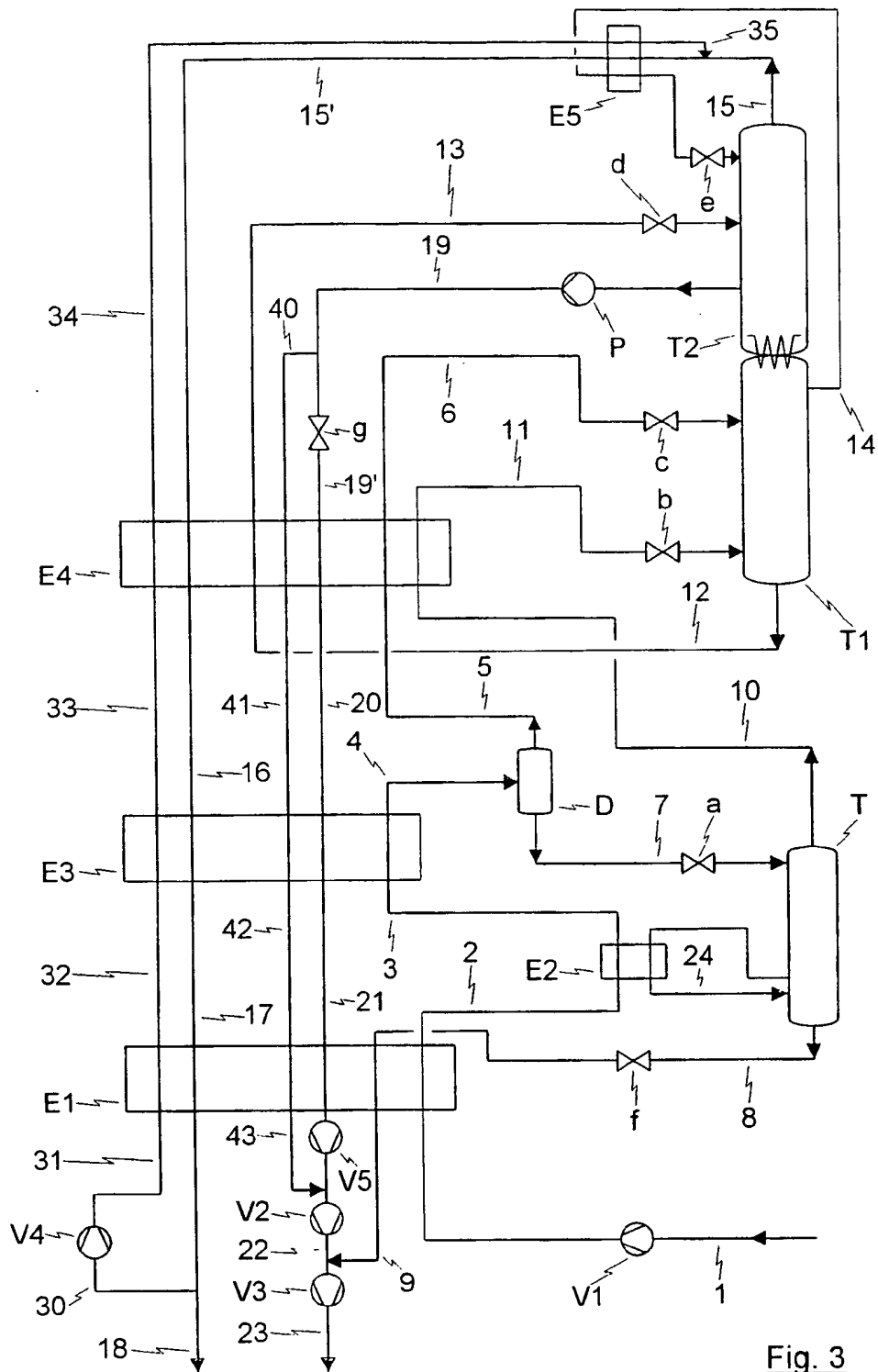


Fig. 3